

EDICT OF GOVERNMENT

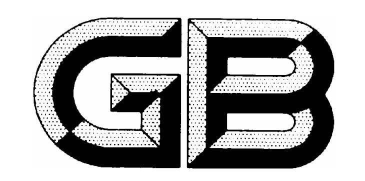
GB WTO 3303 (2012) (Chinese): Acephate technical material



BLANK PAGE



ICS 65.100.10
G 25



中华人民共和国国家标准

GB XXXXX—XXXX

乙酰甲胺磷原药

Acephate technical material

（报批稿）

XXXX－XX－XX 发布 XXXX－XX－XX 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前　　言

本标准的第3章、第5章是强制性的，其余是推荐性的。

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会（SAC/TC 133）归口。

本标准负责起草单位：沈阳化工研究院有限公司。

本标准参加起草单位：湖北沙隆达股份有限公司、浙江嘉化集团股份有限公司、江苏蓝丰生物化工股份有限公司、杭州庆丰农化有限公司。

本标准主要起草人：高晓晖、李东、廖艳、李达元、张树荣、谢印刚、何红东。

乙酰甲胺磷原药

1 范围

本标准规定了乙酰甲胺磷原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运、验收期。

本标准适用于由乙酰甲胺磷及其生产中产生的杂质组成的乙酰甲胺磷原药。

注：乙酰甲胺磷及杂质乙酰胺、甲胺磷、*O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 1600 农药水分测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法（ISO 3696:1987，MOD）

GB/T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 要求

3.1 外观

白色结晶粉末，无可见的外来杂质。

3.2 技术指标

乙酰甲胺磷原药还应符合表1要求。

表1 乙酰甲胺磷原药控制项目指标

项 目		指 标
乙酰甲胺磷质量分数/%	≥	97.0
乙酰胺质量分数/%	≤	0.3
甲胺磷质量分数/%	≤	0.3
O,O,S-三甲基硫代磷酸酯质量分数[a]/%	≤	0.1
水分质量分数/%	≤	0.5
酸度质量分数（以H_2SO_4计）/%	≤	0.5
[a] 正常生产时，*O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯质量分数每3个月至少测定一次。		

4 试验方法

安全提示：使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规的规定。

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682-2008中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液，在没有注明其他要求时，均按GB/T 601的规定制备和标定。检验结果的判定按GB/T 8170-2008中的4.3.3修约值比较法进行。

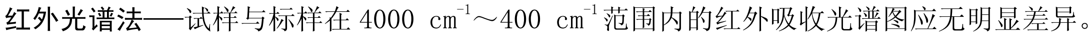
4.2 抽样

按GB/T 1605-2001中“商品原药采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件，最终抽样量应不少于100 g。

4.3 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与乙酰甲胺磷质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中乙酰甲胺磷色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5%以内。

红外光谱法——试样与标样在4000 cm^{-1}～400 cm^{-1}范围内的红外吸收光谱图应无明显差异。



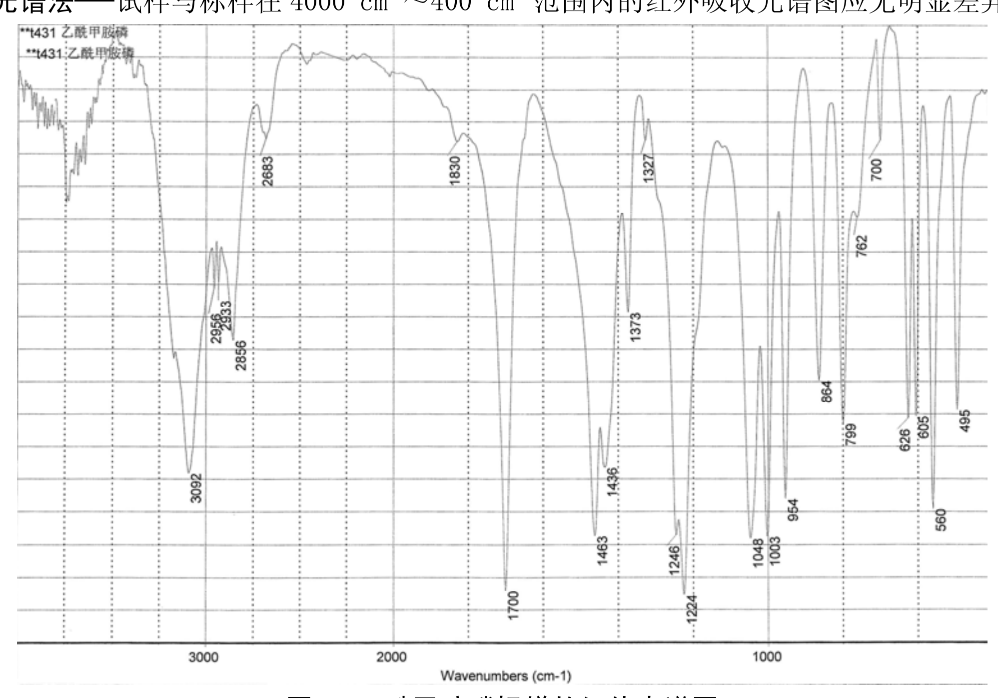


图1 乙酰甲胺磷标样的红外光谱图

4.4 乙酰甲胺磷、乙酰胺和甲胺磷质量分数的测定

4.4.1 方法提要

试样用流动相溶解，以乙腈＋水（pH=3）为流动相，使用以C_{18}为填料的不锈钢柱和紫外检测器（210 nm），对试样中的乙酰甲胺磷、乙酰胺和甲胺磷进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

乙腈：色谱级；

水：新蒸二次蒸馏水；

磷酸；

乙酰甲胺磷标样：已知质量分数，ω≥99.0%；

乙酰胺标样：已知质量分数，ω≥98.0%；

甲胺磷标样：已知质量分数，ω≥98.0%；

乙酰胺标样和甲胺磷标样溶液的制备：分别称取乙酰胺标样0.06 g、甲胺磷标样0.1g(精确至0.0002g)置于50 mL容量瓶中，加流动相溶解，并稀释至刻度，摇匀。

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机或工作站；

色谱柱：250 mm ×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱，内装 C_{18}、5 μm 填充物(或具等同效果的色谱柱)；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm；

微量进样器：250 μL；

超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相：ψ（乙腈：水）=10：90，用磷酸将水的 pH 值调至 3，混合均匀后，经滤膜过滤，并进行脱气；

流量：1.0 mL/min；

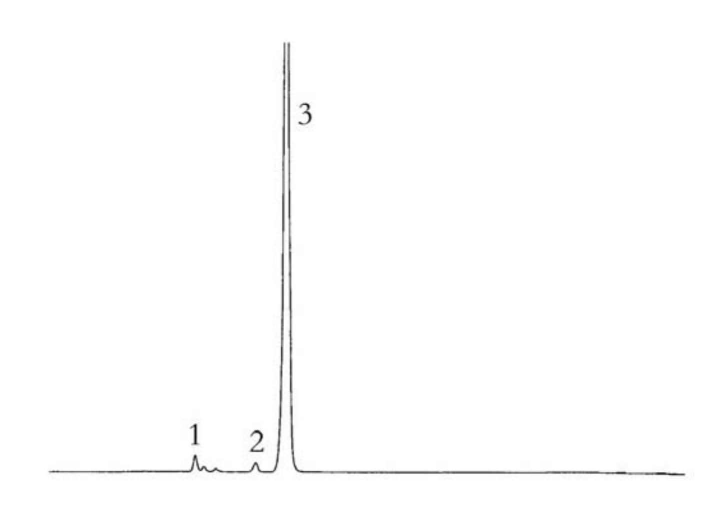
柱温：室温(温差变化应不大于 2℃)；

检测波长：210 nm；

进样体积：20μL；

保留时间：乙酰胺 3.6 min、甲胺磷 5.0 min、乙酰甲胺磷 5.7 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的乙酰甲胺磷原药高效液相色谱图见图2。



1—乙酰胺；

2—甲胺磷；

3—乙酰甲胺磷。

图2　乙酰甲胺磷原药的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取乙酰甲胺磷标样0.06 g（精确至0.000 2 g）置于50 mL容量瓶中，用移液管移取2.0 mL乙酰胺标样和甲胺磷标样溶液于同一容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含乙酰甲胺磷0.06 g（精确至0.000 2 g）的试样，置于50 mL容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针乙酰甲胺磷峰面积相对变化小于1.2%后，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.4.5.4 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中乙酰甲胺磷（乙酰胺、甲胺磷）的峰面积分别进行平均。试样中乙酰甲胺磷（乙酰胺、甲胺磷）的质量分数，按式(1)计算：

$$\omega_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot \omega}{A_1 \cdot m_2} \times f \cdots\cdots (1)$$

式中：

ω_1——试样中乙酰甲胺磷（乙酰胺、甲胺磷）的质量分数，以％表示；
A_2——试样溶液中，乙酰甲胺磷（乙酰胺、甲胺磷）峰面积的平均值；
m_1——标样的质量，单位为克(g)；
ω——标样中乙酰甲胺磷（乙酰胺、甲胺磷）的质量分数，以％表示；
f——稀释因子，对乙酰甲胺磷f=1，乙酰胺和甲胺磷f=0.04；
A_1——标样溶液中，乙酰甲胺磷（乙酰胺、甲胺磷）峰面积的平均值；
m_2——试样的质量，单位为克(g)。

4.4.5.5 允许差

乙酰甲胺磷质量分数两次平行测定结果之差应不大于1.2％，乙酰胺和甲胺磷相对差应不大于20%，分别取其算术平均值作为测定结果。

4.5 *O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯质量分数的测定

4.5.1 方法提要

试样用流动相溶解，以乙腈＋水（pH=3）为流动相，使用以C_{18}为填料的不锈钢柱和紫外检测器（210 nm），对试样中的*O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯进行反相高效液相色谱分离，外标法定量。

4.5.2 试剂和溶液

同4.4.2。
O,O,S-三甲基硫代磷酸酯标样：已知质量分数，ω≥95.0%；

4.5.3 仪器

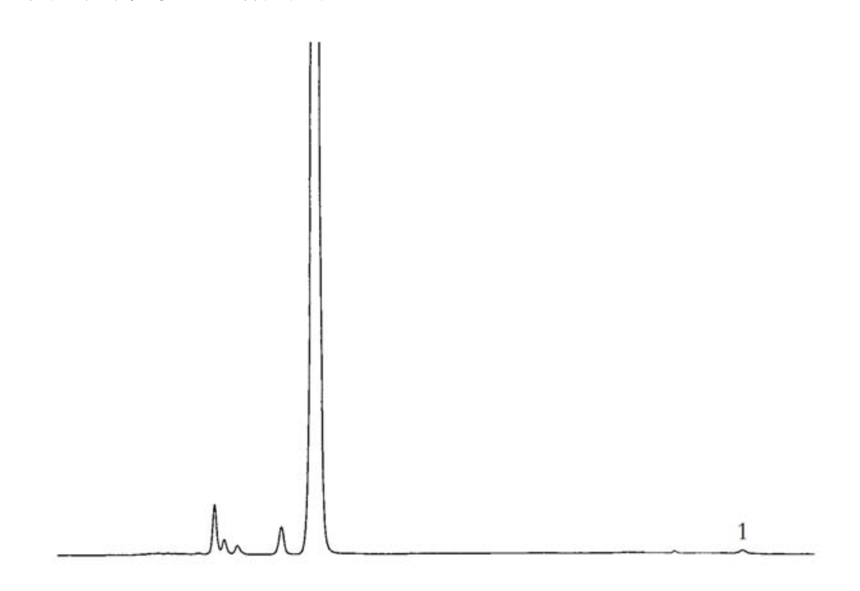
同 4.4.3。

4.5.4　高效液相色谱操作条件

同 4.4.4；

保留时间：*O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯 15 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的乙酰甲胺磷原药高效液相色谱图见图3。



1—*O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯。

图3　乙酰甲胺磷原药的高效液相色谱图

4.5.5　测定步骤

4.5.5.1　标样溶液的制备

称取*O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯标样0.05 g（精确至0.000 2 g）置于50 mL容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.5.5.2　试样溶液的制备

称取乙酰甲胺磷原药 1.0 g（精确至 0.000 2 g）的试样，置于 50 mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.5.5.3　测定

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针乙酰甲胺磷峰面积相对变化小于1.2%后，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.5.5.4　计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中 *O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯的峰面积分别进行平均。试样中 *O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯的质量分数，按式(2)计算：

$$\omega_2 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot \omega}{A_1 \cdot m_2} \cdots\cdots (2)$$

式中：

ω_2——试样中*O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯的质量分数，以％表示；

A_2——试样溶液中，*O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯峰面积的平均值；

m_1——标样的质量，单位为克(g)；

ω——标样中*O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯的质量分数，以％表示；

A_1——标样溶液中，*O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯峰面积的平均值；

m_2——试样的质量，单位为克(g)。

4.5.5.5 允许差

O,O,S-三甲基硫代磷酸酯质量分数两次平行测定结果相对差应不大于20%，取其算术平均值作为测定结果。

4.6 水分质量分数的测定

按GB/T 1600中的“卡尔·费休法”进行。

4.7 酸度质量分数的测定

4.7.1 试剂和溶液

乙醇溶液：Φ (C_2H_5OH)=95%；

氢氧化钠标准滴定溶液 c(NaOH) = 0.02mol/L；

指示液：甲基红乙醇溶液，ρ(甲基红)＝2 g /L。

4.7.2 测定步骤

称取试样2 g（精确至0.000 2 g），置于一个250 mL锥形瓶中，加入乙醇溶液50 mL，摇动使试样溶解。加入5 滴指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定，溶液由红色变为橙黄色即为终点。同时做空白测定。

4.7.3 计算

试样的酸度质量分数，按式（3）计算：

$$\omega_3 = \frac{c(V_1 - V_0) \cdot M}{m \times 1000} \times 100 \quad\cdots\cdots(3)$$

式中:

ω_3——试样的酸度质量分数，以%表示；

c——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_1——滴定试样溶液，消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0——滴定空白溶液，消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

M——硫酸（H_2SO_4）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol），〔M($\frac{1}{2}$$H_2SO_4$）=49〕；

m——试样的质量，单位为克（g）。

4.8 产品的检验与验收

应符合GB/T 1604 的规定。

5 标志、标签、包装、贮运、安全、验收期

5.1 标志、标签、包装

乙酰甲胺磷原药的标志、标签、包装应符合GB 3796 的规定。

乙酰甲胺磷原药应内衬干净的塑料袋，排出空气，封紧袋口。外用聚乙烯塑料桶或纸板桶包装，每桶净含量应不大于50 kg。根据用户要求或订货协议，可以采用其它形式的包装，但需符合GB 3796 的规定。

5.2 贮运

乙酰甲胺磷原药包装件应贮存在通风、干燥、低温的库房中。

贮运时，严防潮湿和日晒，不得与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口鼻吸入。

5.3 安全

乙酰甲胺磷属低毒有机磷杀虫剂。使用本品应戴好防护手套、口罩，穿干净防护服。使用后应立即用清水和肥皂洗净。如发生中毒现象，应及时去医院治疗。

5.4 验收期

乙酰甲胺磷原药验收期为1个月。从交货之日起一个月内完成产品质量验收，其各项指标均应符合标准要求。

附 录 A

（资料性附录）

乙酰甲胺磷及杂质乙酰胺、甲胺磷、*O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分乙酰甲胺磷的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO通用名称：Acephate

CAS登记号：30560-19-1

CIPAC数字代码：338

化学名称：*O,S*-二甲基-*N*-乙酰基硫代磷酰胺

结构式：

O O
H
H_3CS—P—N—C—CH_3
OCH_3

实验式：$C_4H_{10}NO_3PS$

相对分子质量：183.2

生物活性：杀虫

溶点：88℃～90℃

蒸气压（24℃）：0.226 mPa

相对密度（20℃）：1.35

溶解度（20℃，g/L）：水中790；丙酮151；乙醇＞100；乙酸乙酯35；苯16；正己烷0.1

稳定性：在微酸性条件下稳定，半衰期DT_{50}(40℃）60 h(pH=9),710 h(pH=3)

本产品中杂质乙酰胺的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO通用名称：Acetamide

CAS登记号：60-35-5

化学名称：乙酰胺

结构式：

O
H_3C—C—NH_2

实验式：C_2H_5NO

相对分子量：59.07

熔点：81℃

沸点：222℃

蒸气压（65℃）：0.13 kPa

相对密度（20℃）：1.16

溶解性：溶于水、乙醇、三氯甲烷、吡啶和甘油，微溶于乙醚，不溶于正辛醇

本产品中杂质甲胺磷的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO通用名称：Methamidophos

CAS登记号：10265-92-6

CIPAC数字代码：

化学名称：*O,S* -二甲基胺基硫代磷酸酯

结构式:

O

H_3CS—P—NH_2

OCH_3

实验式：$C_2H_8NO_2PS$

相对分子质量：141.1

生物活性：杀虫、杀螨

溶点：44.9℃

蒸气压：2.3 mPa（20℃），4.7 mPa（25℃）

相对密度（20℃）：1.27

溶解度（20℃，g/L）：水中＞200，异丙醇＞200，二氯甲烷＞200，正己烷 0.1～1，甲苯 2～5

稳定性：在常温下稳定，加热分解，故无沸点。在pH 3～8范围内稳定，半衰期DT50 1.8 y(pH 4)，120 h(pH 7)，70 h(pH 9)

本产品中杂质*O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

通用名称：*O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯

CAS登记号：152-20-5

化学名称：*O,O,S*-三甲基硫代磷酸酯

结构式：

O

H_3CS—P—OCH_3

OCH_3

实验式：$C_3H_9O_3PS$

相对分子质量：156.15